

# BEST AVAILABLE COPY

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-077023

(43)Date of publication of application : 23.03.1999

(51)Int.Cl.

C02F 1/20

B01D 19/00

B01F 1/00

B01F 3/04

(21)Application number : 09-252847

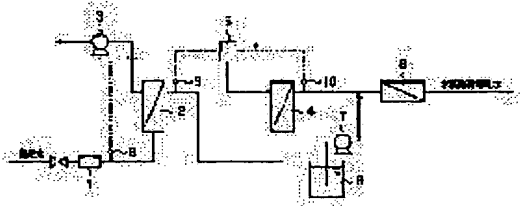
(71)Applicant : KURITA WATER IND LTD

(22)Date of filing : 02.09.1997

(72)Inventor : MORITA HIROSHI  
MIZUNIWA TETSUO  
IDA JUNICHI**(54) PREPARATION OF HYDROGEN-CONTAINING ULTRAPURE WATER****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To dissolve hydrogen gas usefully highly efficiently without loss into ultrapure water by a method wherein, after lowering a saturation degree of dissolved gas by degassing the ultrapure water, the hydrogen gas is supplied to dissolve the hydrogen gas into the ultrapure water.

**SOLUTION:** In preparation of hydrogen-containing ultrapure water used for jet cleaning of an electronic material contaminated with particulate, the ultrapure water is sent to a degassing membrane module 2 via a flowmeter 1. Since a gas phase side of the degassing membrane module 2 is held at a reduced pressure state with a vacuum pump 3, the gas dissolved in the ultrapure water is degassed. Then, the ultrapure water is sent to a hydrogen gas dissolving membrane module 4, hydrogen gas is sent to the gas phase side from a hydrogen gas supplier 7 herein, and supplied to the ultrapure water via a gas permeation membrane. Chemical is supplied from a chemical storing tank 6 to the ultrapure water wherein a dissolved hydrogen gas concentration reaches a specific value, and the ultrapure water is adjusted at a specific pH value. The obtained hydrogen-containing ultrapure water is sent to a precise filter device 8 to remove the particulate, and the ultrapure water is supplied to a demand position.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

15.03.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

特開平 11-77023

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 11-77023

(43) 公開日 平成 11 年 (1999) 3 月 23 日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C02F 1/20			C02F 1/20	A
B01D 19/00			B01D 19/00	H
B01F 1/00			B01F 1/00	A
3/04			3/04	Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 7 頁)

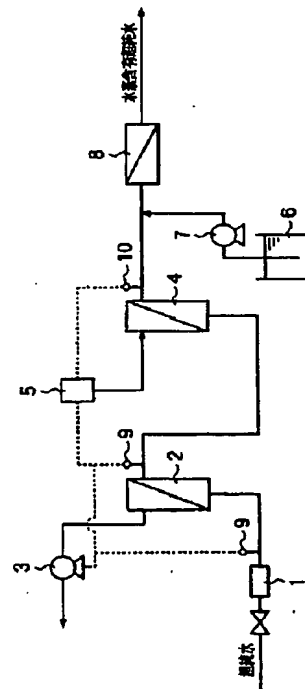
(21) 出願番号	特願平 9-252847	(71) 出願人	000001063 栗田工業株式会社 東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番 7 号
(22) 出願日	平成 9 年 (1997) 9 月 2 日	(72) 発明者	森田 博志 東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番 7 号 栗田 工業株式会社内
		(72) 発明者	水庭 哲夫 東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番 7 号 栗田 工業株式会社内
		(72) 発明者	井田 純一 東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番 7 号 栗田 工業株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 内山 充

(54) 【発明の名称】 水素含有超純水の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 微粒子により汚染された半導体用シリコン基板、液晶用ガラス基板などの電子材料のウェット洗浄に用いる水素含有超純水を、水素ガスの無駄がなく、高い水素ガス溶解効率で製造することができる水素含有超純水の製造方法を提供する。

【解決手段】 超純水を脱気して溶存気体の飽和度を低下させたのち、水素ガスを供給して超純水に水素ガスを溶解することを特徴とする水素含有超純水の製造方法。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】超純水を脱気して溶存気体の飽和度を低下させたのち、水素ガスを供給して超純水に水素ガスを溶解することを特徴とする水素含有超純水の製造方法。

【請求項 2】超純水への水素ガスの溶解を、気体透過膜モジュールを用いて行う請求項 1 記載の水素含有超純水の製造方法。

【請求項 3】水素ガスの飽和度換算供給量が、脱気した気体の飽和度の低下量にほぼ相当する量である請求項 1 又は請求項 2 記載の水素含有超純水の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】本発明は、水素含有超純水の製造方法に関する。さらに詳しくは、本発明は、微粒子により汚染された半導体用シリコン基板、液晶用ガラス基板などの電子材料のウェット洗浄に用いる水素含有超純水を、水素ガスの無駄がなく、高い効率で製造することができる水素含有超純水の製造方法に関する。

## 【 0 0 0 2 】

【従来の技術】従来、半導体用シリコン基板、液晶用ガラス基板などの洗浄は、主として、過酸化水素水と硫酸の混合液、過酸化水素水と塩酸と水の混合液、過酸化水素水とアンモニア水と水の混合液など、過酸化水素をベースとする濃厚な薬液を用いて高温で洗浄した後に超純水ですすぐ、いわゆる R C A 洗浄法によって行われてきた。R C A 洗浄法は、半導体表面の金属分を除去するために有効な方法であるが、同時に半導体表面に付着した微粒子も除去される。しかし、このような方法では、過酸化水素水、高濃度の酸、アルカリなどを多量に使用するために薬液コストが高く、さらにリンス用の超純水のコスト、廃液処理コスト、薬品蒸気を排気し新たに清浄空気を調製する空調コストなど、多大なコストを要する。これらのコストを低減し、さらに水の大量使用、薬物の大量廃棄、排ガスの放出といった環境への負荷低減を図るために、近年ウェット洗浄工程の見直しが進められている。本発明者らは、先に、ウェット洗浄工程で除去すべき不純物のうち、特に電子部品性能への影響が大きく問題視されている微粒子が、水素ガスを溶解した超純水により極めて効果的に除去されることを見だし、低濃度の薬品で、室温で、高い洗浄効果を得ることができる方法として、水素含有超純水を用いる電子材料の洗浄方法を開発した。これに伴って、水素含有超純水を安全かつ自在に操るために、希望の溶存水素ガス濃度の超純水を、溶解効率を高めて水素ガスを無駄なく利用し、確実に製造することができる水素含有超純水の製造方法の確立が要求されてきた。

## 【 0 0 0 3 】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、微粒子により汚染された半導体用シリコン基板、液晶用ガラス基板などの電子材料のウェット洗浄に用いる水素含有超純水

を、水素ガスの無駄がなく、高い水素ガス溶解効率で製造することができる水素含有超純水の製造方法を提供することを目的としてなされたものである。

## 【 0 0 0 4 】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、超純水を脱気して溶存気体の飽和度を低下させたのち、水素ガスを供給して超純水に水素ガスを溶解することにより、水素ガスを無駄なく、高い効率で超純水に溶解させ得ることを見だし、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、(1)超純水を脱気して溶存気体の飽和度を低下させたのち、水素ガスを供給して超純水に水素ガスを溶解することを特徴とする水素含有超純水の製造方法、(2)超純水への水素ガスの溶解を、気体透過膜モジュールを用いて行う第(1)項記載の水素含有超純水の製造方法、及び、(3)水素ガスの飽和度換算供給量が、脱気した気体の飽和度の低下量にほぼ相当する量である第(1)項又は第(2)項記載の水素含有超純水の製造方法、を提供するものである。

## 【 0 0 0 5 】

【発明の実施の形態】本発明方法においては、超純水を脱気して溶存気体の飽和度を低下させたのち、水素ガスを供給して超純水に水素ガスを溶解させる。本発明において、気体の飽和度とは、水中に溶解している気体の量を、圧力  $10^5$  Pa、温度  $20^\circ\text{C}$  における気体の溶解量で除した値である。例えば、水が圧力  $10^5$  Pa、温度  $20^\circ\text{C}$  の窒素ガスと接して平衡状態にあるとき、水への窒素ガスの溶解量は  $19.2\text{mg}/\text{リットル}$  であるので、水中に溶解している気体が窒素ガスのみであって、その溶解量が  $19.2\text{mg}/\text{リットル}$  である水の飽和度は  $1.0$  倍であり、水中に溶解している気体が窒素ガスのみであって、その溶解量が  $9.6\text{mg}/\text{リットル}$  である水の飽和度は  $0.5$  倍である。また、圧力  $10^5$  Pa、温度  $20^\circ\text{C}$  で空気と接して平衡状態にある水は、窒素ガス  $15.4\text{mg}/\text{リットル}$  及び酸素ガス  $8.8\text{mg}/\text{リットル}$  を溶解して飽和度  $1.0$  倍の状態となっているので、脱気により気体の溶解量を窒素ガス  $1.5\text{mg}/\text{リットル}$ 、酸素ガス  $0.9\text{mg}/\text{リットル}$  とした水の飽和度は  $0.1$  倍である。さらに、水が圧力  $10^5$  Pa、温度  $20^\circ\text{C}$  の水素ガスと接して平衡状態にあるとき、水への水素ガスの溶解量は  $1.6\text{mg}/\text{リットル}$  であるので、水素ガス  $0.8\text{mg}/\text{リットル}$  を溶解した水の水素ガスの飽和度は  $0.5$  倍である。

【 0 0 0 6 】本発明方法においては、超純水を脱気して溶存気体の飽和度を低下させたのち、水素ガスを供給して超純水に水素ガスを溶解する。洗浄用機能水としての効果を高めるためには、溶存水素ガス濃度は高いほど望ましく、大気圧下、常温での飽和濃度である約  $1.6\text{mg}/\text{リットル}$  に近づくほど、洗浄効果は高まる。しかし、飽和付近まで溶存水素ガス濃度を高めなくとも、あるレベル以上の濃度があれば、実質的に有効な機能水とな

る。その濃度は、 $0.7 \text{ mg/l}$ 程度、すなわち、常温、大気圧下における溶存水素ガスの飽和度の $1/2$ 倍弱であることが、本発明者らによってすでに確認されている。本発明方法において、超純水の脱気の程度に特に制限はないが、溶存水素ガス濃度が $0.7 \text{ mg/l}$ 以上の水素含有超純水を効率よく調製するために、溶解すべき水素ガスの飽和度に相当する量の溶存気体を脱気して、原水中の気体溶解キャパシティーに空きを作ることが好ましい。例えば、飽和度の $1/2$ 倍以上の水素ガスを溶解する場合は、飽和度の $1/2$ 倍以上に相当する溶存気体をあらかじめ脱気により除去することが好ましい。飽和度に換算した原水の溶存気体の脱気量と、飽和度に換算した溶解すべき水素ガスの量をほぼ等しくすることにより、水素ガスを無駄なく容易に溶解することができる。

【0007】溶存気体を制御していない、大気と平衡状態にある超純水には、常温で約 $8 \text{ mg/l}$ の酸素ガス、約 $1.6 \text{ mg/l}$ の窒素ガスと、微量の炭酸などが溶解している。この超純水を原水とする場合には、溶存酸素ガス濃度を $4 \text{ mg/l}$ 程度以下、溶存窒素ガス濃度を $8 \text{ mg/l}$ 程度以下、すなわち飽和度の $1/2$ 程度以下に低減させれば、飽和度 $1/2$ 程度までの水素ガスを容易に溶解することができ、溶存水素ガス濃度 $0.8 \text{ mg/l}$ 程度の水素含有超純水を得ることができる。本発明方法において、原水とする超純水は、必ずしも大気と平衡状態である必要はなく、溶存気体の種類、濃度比率などには全く制限はない。例えば、窒素ガス脱気によってまず溶存酸素ガスを除去し、ほぼ窒素ガスのみによって溶存窒素ガス濃度が高められた原水であれば、そこから溶存窒素ガスを必要な飽和度に相当する量だけ脱気すれば、目的を達することができる。要するに、総溶存気体の低減量を飽和度に換算し、それが溶解すべき水素ガスの飽和度に見合う以上の量であればよい。本発明の目的にかなう脱気処理としては、触媒脱気や窒素ガス脱気などのいわゆる脱酸素処理は不適であり、酸素ガス以外の気体も除去することができる真空脱気や減圧膜脱気などによることが好ましい。これらの中で、高純度脱気膜モジュールによる膜脱気は、比較的ユースポイントに近いところで、超純水の純度を損なうことなく、微量に溶存する気体を脱気することができるので、特に好適に使用することができる。

【0008】本発明方法においては、脱気して溶存気体の飽和度を低下させた超純水に、水素ガスを供給して水素ガスを溶解する。水素ガスを溶解する方法には特に制限はなく、例えば、バブリング、ラインミキシング、気体透過膜モジュールの使用など任意の接触方法を利用することができる。これらの中で、単位時間、単位スペースあたりの水素ガス溶解量が大きく、電子材料のウェット洗浄用として使用し得るレベルに水の純度を保ち、水素ガスの溶解効率を容易に高めることができる高純度気

体透過膜モジュールが好ましい。本発明方法において、超純水の脱気及び水素ガスの供給に用いるガス透過膜には特に制限はなく、例えば、ポリプロピレン、ポリジメチルシロキサン、ポリカーボネート-ポリジメチルシロキサンプロック共重合体、ポリビニルフェノール-ポリジメチルシロキサン-ポリスルホンブロック共重合体、ポリ(4-メチルペンテン-1)、ポリ(2,6-ジメチルフェニレンオキシド)、ポリテトラフルオロエチレンなどの高分子膜などを挙げることができる。水素ガスの供給方法には特に制限はなく、例えば、重質油のガス化反応により得られる合成ガスからの分離、メタノールの接触分解や水蒸気改質、水の電気分解などのほか、市販の高純度水素ガスボンベなどを使用することもできる。ガス透過膜の液体側に脱気した超純水を通過させ、気体側に水素ガスを供給することにより、水素ガスはガス透過膜を経由して超純水中に移行し溶解する。

【0009】本発明方法において、供給する水素ガスの量には特に制限はないが、大気と平衡状態にある超純水より脱気した気体の飽和度の低下量にほぼ相当する量であることが好ましい。例えば、大気と平衡状態にある超純水中に溶解している窒素ガス及び酸素ガスの80%を脱気して原水の総溶存気体飽和度を0.2倍としたとき、原水中の水素ガス溶解のための気体溶解キャパシティーの空きは飽和度の0.8倍となっているので、水素ガスの飽和度 $1.6 \text{ mg/l}$ の0.8倍に相当する $1.28 \text{ mg/l}$ の水素ガスを供給することが好ましい。脱気した気体の飽和度の低下量にほぼ相当する量の水素ガスを供給することにより、供給した水素ガスがほぼ全量超純水中に溶解し、排ガス中に未溶解のまま放出される水素ガスの量を抑制して、水素ガス溶解効率を高めることができる。しかし、供給する水素ガスの飽和度換算量と、脱気した気体の飽和度の低下量とは、厳密に1:1である必要はなく、超純水に溶解される水素ガスの量を所望量にすることができれば、1:1以下であってもよい。また、超純水の流速などとの関連において、超純水と供給する水素ガスとの接触効率を考量して、供給する水素ガスの飽和度換算量と、脱気した気体の飽和度の低下量の比を、1~5:1、より好ましくは1~2:1のように、水素ガスの量を若干の過剰量とすることもできる。

【0010】前述のように、水素含有超純水を電子材料のウェット洗浄に用いる場合、通常は溶存水素ガス濃度が $0.7 \text{ mg/l}$ 程度あれば、十分実用レベルの洗浄効果を得ることができる。しかし、必要に応じて、溶存水素ガス濃度を $1.2 \text{ mg/l}$ （飽和度の $3/4$ 倍）、あるいは $1.4 \text{ mg/l}$ （飽和度の約 $9/10$ 倍）とすることにより、一層高い洗浄効果を得ることができる。このような溶存水素ガス濃度の水素含有超純水を効率よく得るためには、それに見合うレベル、すなわち飽和度の $1/4$ 程度以下、あるいは飽和度の $1/1$

0 程度以下にまであらかじめ総溶存気体濃度を低減することが好ましい。これによって、溶解すべき量の水素ガスを供給して、供給した水素ガスをほぼ完全に水素含有超純水中の溶存水素ガスとすることができる。なお、水素含有超純水を電子材料のウェット洗浄に用いるとき、洗浄効果を一層高めるために、水素含有超純水に高純度アンモニア水などを添加することができる。アンモニア水を含有する水素含有超純水を製造する場合には、アンモニア濃度が脱気によって減少することのないよう、超純水の脱気を終えたのち、水素ガス溶解工程の前又は後に添加することが好ましい。

【0011】図1は、本発明の水素含有超純水の製造方法の一態様の工程系統図である。超純水は、流量計1を経由して脱気膜モジュール2に送られる。脱気膜モジュールは、ガス透過膜を介して超純水と接する気相側が真空ポンプ3により減圧状態に保たれ、超純水中に溶存している気体が脱気される。溶存気体が脱気された超純水は、次いで水素ガス溶解膜モジュール4に送られる。水素ガス溶解膜モジュールにおいては、水素ガス供給器5から供給される水素ガスが気相側に送られ、ガス透過膜を介して超純水に供給される。溶存水素ガス濃度が所定の値に達した超純水には、薬液貯槽6から薬注ポンプ7によりアンモニア水などの薬液を供給し、所定のpH値に調整することができる。水素ガスを溶解し、アルカリ性となった水素含有超純水は、最後に精密ろ過装置8に送られ、MFフィルターなどにより微粒子を除去することができる。本発明方法においては、さらに計器を利用して脱気及び水素ガスの溶解を制御することも可能である。例えば、脱気膜モジュールの出口、あるいは入口及び出口に、溶存気体測定センサ9、例えば、溶存気体計、溶存窒素計、溶存酸素計などを設置し、超純水中の総気体量、あるいは、溶存窒素量、溶存酸素量を測定して飽和度を求め、信号を真空ポンプに送って超純水の飽和度と所望飽和度とを対比し、脱気量を調整する。脱気量の調整は、例えば、真空ポンプによる真空度を真空度調節弁の開度を調整して行うことができ、あるいは、真空ポンプを複数台使用する場合は、その稼働台数を制御してもよく、さらには、脱気する超純水の供給速度を調整することもできる。水素ガスの供給量は、脱気後の超純水の気体飽和度を溶存気体測定センサ9により測定し、水素ガス溶解膜モジュールから流出する水素含有超純水中の水素ガス濃度を溶存水素測定センサ10により測定し、それぞれ信号を水素ガス供給器に送り、例えば、水素ガス供給路に設けた弁の開度などを調整することにより制御することができる。

【0012】水中に溶存する気体の濃度は、ヘンリーの法則で普遍的に規定され、温度が一定であるとき一定量の液体に対する気体の溶解量は圧力に比例する。したがって、超純水中の溶存水素ガス濃度を高めるために、従来は単に超純水と接する気相の水素ガス分圧を高めるこ

とが行われてきた。バブリング、ラインミキシング、気体透過膜を介した気液接触などによる溶解操作は、いずれも溶解すべき気体の分圧を高め、さらに単位時間あたりの溶解量を増やすために、気液接触面積を増大させる操作といえる。溶解すべき気体が安全かつ安価なものであれば、その供給量を過剰にして、目的以外の気体を希釈することにより目的の気体の分圧を高めて、溶解量を増やすことができる。しかし、水素ガスの溶解においては、安全確保、高純度ガスの消費量削減の観点から、供給した水素ガスを無駄なく全量超純水に溶解することが求められる。本発明方法によれば、飽和度という指標で対比することにより、原水として用いる超純水からの目標の脱気レベルと、脱気した超純水に供給すべき水素ガスの量を簡単に求め、水素ガスの無駄を省いて高い水素ガス溶解効率で水素含有超純水を製造することができる。

#### 【0013】

【実施例】以下に、実施例を挙げて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によりなんら限定されるものではない。なお、実施例、比較例及び参考例においては、図2に示す試験装置を用いた。本装置は、面積 $1.4\text{ m}^2$ のポリプロピレン製のガス透過膜を備えた脱気膜モジュール11及び面積 $1.4\text{ m}^2$ のポリプロピレン製のガス透過膜を備えた水素ガス溶解膜モジュール12を有し、脱気膜モジュールは真空ポンプ13に、水素ガス溶解膜モジュールは水素ガス供給器14に接続されている。また、比較試験のために直径 $50\text{ mm}$ 、長さ $300\text{ mm}$ のインラインミキサー15を接続している。なお、試験はすべて温度 $20^\circ\text{C}$ 、超純水の流速 $1.6\text{ リットル/分}$ の条件で行った。

#### 比較例 1

超純水を脱気することなく、水素ガス溶解膜モジュールに送り、水素ガス供給器から飽和度に換算して10倍量に相当する水素ガスを、水素ガス溶解膜モジュールに送り込んだ。水素ガス溶解膜モジュールから流出する処理水中の溶存水素ガスの量は $0.6\text{ mg/リットル}$ であり、飽和度に換算すると0.38倍に相当し、水素ガスの溶解効率は4%であった。

#### 実施例 1

超純水を脱気膜モジュールに送り、溶存気体の飽和度が0.1倍になるまで脱気したのち水素ガス溶解膜モジュールに送り、飽和度に換算して10倍量に相当する水素ガスを水素ガス溶解膜モジュールに送り込んだ。水素ガス溶解膜モジュールから流出する処理水中の溶存水素ガスの量は $1.5\text{ mg/リットル}$ 、飽和度に換算すると0.94倍に相当し、水素ガスの溶解効率は9%であった。

#### 実施例 2

水素ガス溶解膜モジュールに送り込む水素ガスを、飽和度に換算して2倍量に相当する量まで減少した外は、実施例1と同じ条件で試験を続けた。水素ガス溶解膜モジ

ジュールから流出する処理水中の溶存水素ガスの量には変化なく 1.5 mg/リットル、飽和度に換算すると 0.94 倍であり、水素ガスの溶解効率は 47 % に向上した。

#### 実施例 3

水素ガス溶解膜モジュールに送り込む水素ガスを、さらに飽和度に換算して 0.9 倍量に相当する量まで減少し、それ以外は実施例 1 と同じ条件で試験を続けた。水素ガス溶解膜モジュールから流出する処理水中の溶存水素ガスの量は 1.4 mg/リットル、飽和度に換算すると 0.88 倍となり、水素ガスの溶解効率は 97 % まで向上した。

#### 実施例 4

超純水の溶存気体の飽和度が 0.2 倍になるよう脱気膜モジュールで脱気して水素ガス溶解膜モジュールに送り、飽和度に換算して 10 倍量に相当する水素ガスを水素ガス溶解膜モジュールに送り込んだ。水素ガス溶解膜モジュールから流出する処理水中の溶存水素ガスの量は 1.4 mg/リットル、飽和度に換算すると 0.88 倍に相当し、水素ガスの溶解効率は 9 % であった。

#### 実施例 5

水素ガス溶解膜モジュールに送り込む水素ガスを、飽和度に換算して 0.8 倍量に相当する量まで減少し、それ以外は実施例 4 と同じ条件で試験を続けた。水素ガス溶解膜モジュールから流出する処理水中の溶存水素ガスの量は 1.2 mg/リットル、飽和度に換算すると 0.75 倍となり、水素ガスの溶解効率は 94 % に向上した。

#### 実施例 6

超純水の溶存気体の飽和度が 0.5 倍になるよう脱気膜モジュールで脱気して水素ガス溶解膜モジュールに送り、飽和度に換算して 10 倍量に相当する水素ガスを水素ガス溶解膜モジュールに送り込んだ。水素ガス溶解膜モジュールから流出する処理水中の溶存水素ガスの量は 1.0 mg/リットル、飽和度に換算すると 0.63 倍に相当し、水素ガスの溶解効率は 6 % であった。

#### 実施例 7

水素ガス溶解膜モジュールに送り込む水素ガスを、飽和度に換算して 0.5 倍量に相当する量まで減少し、それ以外は実施例 6 と同じ条件で試験を続けた。水素ガス溶解膜モジュールから流出する処理水中の溶存水素ガスの量は 0.8 mg/リットル、飽和度に換算すると 0.50 倍となり、水素ガスの溶解効率は 100 % にまで達した。

#### 比較例 2

超純水を脱気することなく、インラインミキサーに送り、水素ガス供給器から飽和度に換算して 10 倍量に相当する水素ガスを、インラインミキサーに送り込んだ。インラインミキサーから流出する処理水中の溶存水素ガスの量は 0.5 mg/リットルであり、飽和度に換算すると 0.31 倍に相当し、水素ガスの溶解効率は 3 % であった。

#### 実施例 8

超純水を脱気膜モジュールに送り、溶存気体の飽和度が 0.1 倍になるまで脱気したのちインラインミキサーに送り、飽和度に換算して 10 倍量に相当する水素ガスをインラインミキサーに送り込んだ。インラインミキサーから流出する処理水中の溶存水素ガスの量は 0.8 mg/リットル、飽和度に換算すると 0.50 倍に相当し、水素ガスの溶解効率は 5 % であった。

#### 実施例 9

インラインミキサーに送り込む水素ガスを、飽和度に換算して 1.5 倍量に相当する量まで減少した外は、実施例 8 と同じ条件で試験を続けた。インラインミキサーから流出する処理水中の溶存水素ガスの量は 0.7 mg/リットル、飽和度に換算すると 0.44 倍であり、水素ガスの溶解効率は 29 % であった。実施例 1 ~ 9 及び比較例 1 ~ 2 の結果を、まとめて第 1 表に示す。

【 0 0 1 4 】

【 表 1 】

第1表

	原水総溶存気体 飽和度 (倍)	水素ガス注入量 飽和度換算 (倍)	処理水溶存水素ガス		水素ガス溶解効率 (%)	水素ガス溶解装置
			濃度 (mg/リットル)	飽和度 (倍)		
比較例1	1.0	10	0.6	0.38	4	膜モジュール
実施例1	0.1	10	1.5	0.94	9	膜モジュール
実施例2	0.1	2	1.5	0.94	47	膜モジュール
実施例3	0.1	0.9	1.4	0.88	97	膜モジュール
実施例4	0.2	10	1.4	0.88	9	膜モジュール
実施例5	0.2	0.8	1.2	0.75	94	膜モジュール
実施例6	0.5	10	1.0	0.63	6	膜モジュール
実施例7	0.5	0.5	0.8	0.50	100	膜モジュール
比較例2	1.0	10	0.5	0.31	3	インラインミキサー
実施例8	0.1	10	0.8	0.50	5	インラインミキサー
実施例9	0.1	1.5	0.7	0.44	29	インラインミキサー

【0015】第1表の結果から、原水の脱気をしない比較例1～2の場合には、大量の水素ガスを注入しても処理水中の溶存水素の濃度は低く、水素ガスの溶解効率も低い。これに対して、原水の脱気をして溶存気体の飽和度を0.1～0.5倍とした実施例1～9においては、処理水中の水素ガス濃度を0.7mg/リットル以上とする

【0016】

【発明の効果】本発明方法により、溶解すべき水素ガスの飽和度換算量に相当する量の総溶存気体を超純水から脱気したのち、水素ガスを供給して溶解すれば、水素ガ

スを無駄なく溶解してその使用量を削減することができ、電子材料のウェット洗浄において極めて高い洗浄効果を有する飽和に近い溶存水素ガス濃度の水素含有超純水を、高い水素ガス溶解効率で容易に得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の水素含有超純水の製造方法の一態様の工程系統図である。

【図2】図2は、実施例において用いた試験装置の系統図である。

【符号の説明】

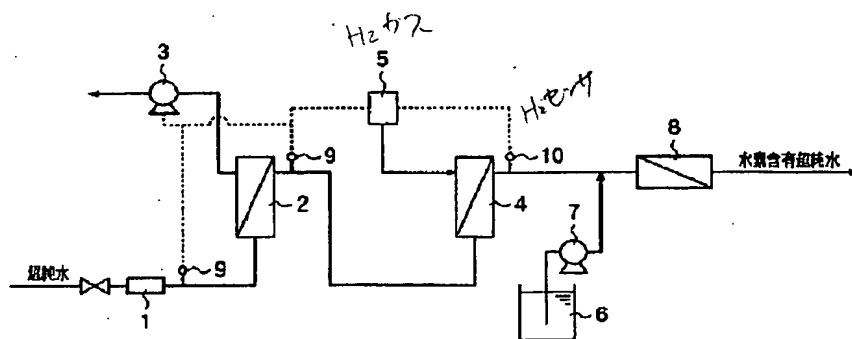
- 1 流量計
- 2 脱気膜モジュール
- 3 真空ポンプ
- 4 水素ガス溶解膜モジュール
- 5 水素ガス供給器



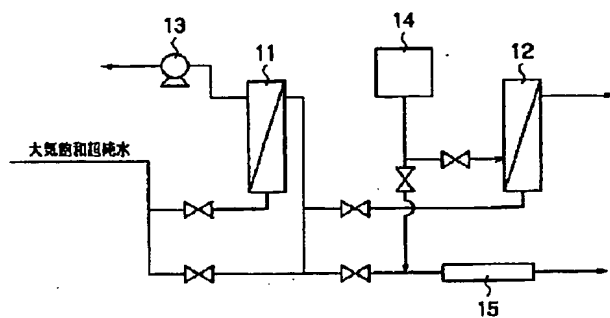
- 6 薬液貯槽
- 7 薬注ポンプ
- 8 精密ろ過装置
- 9 溶存気体測定センサ
- 10 溶存水素測定センサ

- 11 脱気膜モジュール
- 12 水素ガス溶解膜モジュール
- 13 真空ポンプ
- 14 水素ガス供給器
- 15 インラインミキサー

【図 1】



【図 2】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**